

После заключительной стадии синтеза для всех составов проведен РФА, результаты которого свидетельствуют об однофазности полученных образцов.

Для проверки химической устойчивости изучаемых материалов в кислых средах в растворах с различным временем выдержки проводили качественное обнаружение ионов стронция и свинца (II). По результатам анализа после недельной выдержки катионы  $\text{Sr}^{2+}$  и  $\text{Pb}^{2+}$  в растворе не были обнаружены, следовательно, ниобаты и танталаты достаточно устойчивы в кислых средах.

Установлен размер частиц полученных образцов методом лазерной дифракции на анализаторе дисперсности SHIMADZU SALD - 7101. На основе полученных зависимостей сделан вывод, что кривые распределения частиц по размерам близки к гауссовскому распределению, и доминирующий размер частиц составляет 5-50 мкм.

Изучены температурные зависимости электропроводности свинецсодержащих ниобатов и танталатов. Установлено, что с увеличением соединения свинца электропроводность незначительно уменьшается. Так, при температуре  $1000^{\circ}\text{C}$  электропроводность образца состава  $\text{Sr}_5\text{PbNb}_2\text{O}_{11}$  на полпорядка ниже проводимости матричной фазы.

1. Подкорытов А.Л., Штин С.А., Кудакеева С.Р. Сложные оксиды на основе ниобатов двухвалентных металлов. Saarbrücken : LAP Lambert Academic Publishing, 2012. 163 с.

## **СИНТЕЗ И СВОЙСТВА ЦИНКОСОДЕРЖАЩИХ ФАЗ СО СТРУКТУРОЙ КРИОЛИТА**

*Галиев П.Р., Подкорытов А.Л.*

Уральский федеральный университет  
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Цинкосодержащие танталаты со структурой криолита недостаточно изученный класс сложных оксидов. Эти танталаты имеют отличную от всех других танталатов структуру, так как основой является структура криолита. Криолит — минерал класса галогенидов,  $\text{Na}_3[\text{AlF}_6]$ . Теоретически содержит 12,8% Al, 32,9% Na и 54,3% F. Примеси: Si, Fe, Mg, K, Sr, Th. Кристаллизуется в моноклинной сингонии. В структуре криолита октаэдры  $\text{AlF}_6$  — в вершинах и центре кубической ячейки, между ними — ионы  $\text{Na}^+$ , из которых 1/3 находится в шестерной координации (полиэдры  $\text{NaF}_6$ ), а 2/3 имеют координацию 12 ( $\text{NaF}_{12}$ ). Образует ксеноморфные зёрна, зернистые агрегаты, прожилки, мелкие линзо-

видные скопления и гнёзда, редко крупные (размером более метра) мноминеральные скопления. Кристаллы псевдотетрагонального и псевдокубического облика весьма редки.

Синтез твёрдых растворов  $\text{Sr}_{6-x}\text{Zn}_x\text{Ta}_2\text{O}_{11}$  ( $x=0; 0.05; 0.1; 0.3; 0.5; 1; 2$ ) осуществляли твердофазным методом.

Температура, °C	Время, час
600	8
750	8
850	8
1000	8
1100	8
1300	8

После заключительной стадии синтеза при температуре 1300°C ( $\tau=8$  час) был проведен рентгенофазовый анализ. Оборудование: ДРОН-2.0 в  $\text{Cu-K}_\alpha$  излучении.

В работе проведено исследование ИК спектров образцов твёрдых растворов  $\text{Sr}_{6-x}\text{Zn}_x\text{Ta}_2\text{O}_{11}$  ( $x=0; 0.05; 0.1; 0.3; 0.5; 1; 2$ ). Оборудование: ИК-Фурье спектрометр Nicolet 6700, НПВО.

Анализ распределения частиц по размерам выполнен на анализаторе дисперсности SALD-7107 Shimadzu. В основе измерения на данном приборе используется метод лазерного светорассеяния. Схема расположения фотосенсоров с широким углом охвата даёт возможность улучшить разрешение в субмикронном диапазоне.

Для контроля химической устойчивости образцы обрабатывали 0.01M раствором  $\text{HNO}_3$  в течение различного времени (от двух часов до нескольких недель). Все образцы оказались устойчивыми к воздействию кислоты.

В настоящее время ведутся работы по измерению электропроводности двухконтактным методом. Для измерения электропроводности использовали комплекс, включающий измерительную ячейку, вольтметр В7-40/3 и измеритель RLC P5030.

Цинкосодержащие танталаты планируется использовать в качестве ионселективных электродов. Это один из разделов аналитической химии, позволяющей количественно определять ионы тяжелых металлов в растворах различной природы. Много полезной информации по исследованию ионселективных электродов на основе сложных оксидов содержится в монографии [1].

1. Подкорытов А.Л., Штин С.А., Кудакеева С.Р. Сложные оксиды на основе ниобатов двухвалентных металлов. Saarbrücken : LAP Lambert Academic Publishing, 2012. 163 с.

## **СВОЙСТВА ТВЁРДЫХ РАСТВОРОВ $\text{Ni}_{4-x}\text{Zr}_{x/2}\text{Nb}_2\text{O}_9$**

*Тимофеев А.Л., Юровская Н.Л., Подкорытов А.Л.*

Уральский федеральный университет  
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Ранее в лаборатории синтеза сложных оксидов были получены различные твёрдые растворы на основе  $\text{Ni}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ .

Этот ниобат никеля имеет отличную от всех других ниобатов структуру. Элементарная  $\text{Ni}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$  ячейка состоит из 480 атомов. Она может быть представлена в виде сложного пространственного восьмигранного каркаса, в котором октаэдры  $\text{NiO}_6$  соединяются как гранями, так и ребрами. Пустоты заполняются октаэдрами  $\text{NbO}_6$ , и образуется так называемый октаэдроблок. Наличие туннельных мест в структуре  $\text{Ni}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$  способствует большей подвижности ионов никеля в отличие от других ниобатов, что подтверждено экспериментально [1].

Синтез твёрдых растворов  $\text{Ni}_{4-x}\text{Zr}_{x/2}\text{Nb}_2\text{O}_9$  ( $x=0,05; 0,1; 0,15; 0,2$ ) осуществляли твердофазным методом в интервале температур 700-1350°C. Суммарное время синтеза 50 часов.

После дополнительного синтеза при температуре 1350°C ( $\tau=10$  час) рентгенофазовый анализ (ДРОН-2.0 в  $\text{Cu-K}_\alpha$  излучении) показал однофазность образцов с  $0 \leq x \leq 0,15$ . Образец с  $x=0,2$  содержит следовые количества примесной фазы  $\text{NiNb}_2\text{O}_6$ .

Исследована возможность протекания фазовых переходов. Для этого изучался коэффициент термического расширения с помощью dilatометра L75. Ранее показано, что для недопированного образца  $\text{Ni}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$  и твёрдых растворов, содержащих галлий и титан, фазовых переходов не наблюдается. Аналогичный вывод получен и для исследованных цирконий-содержащих твёрдых растворов.

В работе проведено исследование ИК спектров образцов твёрдых растворов  $\text{Ni}_{4-x}\text{Zr}_{x/2}\text{Nb}_2\text{O}_9$  (ИК-Фурье спектрометр Nicolet 6700, НПВО).

Сконструированы ионоселективные электроды и проведена их первичная электрохимическая аттестация. Для некоторых цирконий-содержащих твёрдых растворов показано наличие области линейности основной электродной функции.

В настоящее время проводится синтез новых твёрдых растворов  $\text{Ni}_{4-x}\text{Zn}_x\text{Nb}_2\text{O}_9$  для дальнейшего исследования и сопоставления перспек-